

Abstract of DE 100 02 692 A1:

DE 100 02 692 A1 discloses a membrane separation process and apparatus wherein a gas flow is supplied at an absolute pressure of 6.1 bar or 3 bar and wherein the permeate is discharged from the membrane separating apparatus at an absolute pressure of less than 0.1 bar.



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ ⑫ **Offenlegungsschrift**
⑯ ⑯ **DE 100 02 692 A 1**

⑯ Int. Cl. 7:
B 01 D 61/36
B 01 D 53/22

DE 100 02 692 A 1

⑯ ⑯ Aktenzeichen: 100 02 692.3
⑯ ⑯ Anmeldetag: 22. 1. 2000
⑯ ⑯ Offenlegungstag: 2. 8. 2001

⑯ ⑯ Anmelder:
GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH,
21502 Geesthacht, DE

⑯ ⑯ Vertreter:
Niedmers & Seemann, 22767 Hamburg

⑯ ⑯ Erfinder:
Wenzlaff, Axel, 21039 Escheburg, DE; Stange, Olaf,
31832 Springe, DE; Ebert, Katrin, Dr., 21502
Geesthacht, DE; Fritsch, Detlev, Dr., 21029
Hamburg, DE; Ohlrogge, Klaus, 21502 Geesthacht,
DE

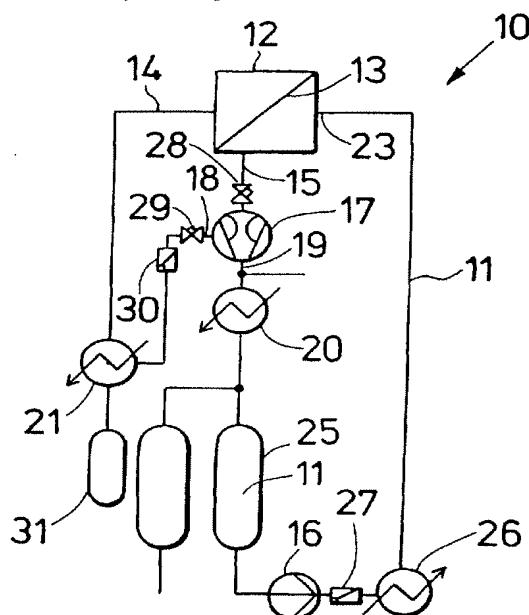
⑯ ⑯ Entgegenhaltungen:
DE 198 19 620 A1
DE 692 19 033 T2

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ ⑯ Verfahren und Vorrichtung zur Trennung von gas- und/oder dampfförmigen Medien

⑯ ⑯ Es wird ein Verfahren und eine Vorrichtung (10) zur Trennung von gas- und/oder dampfförmigen Medien (11) mittels einer wenigstens eine Membran (13) enthaltenen, nach dem Prinzip der Dämpfepermeation betriebenen Membrantrenneinrichtung (12) vorgeschlagen, in der das Medium (11) in ein Permeat (14) und in ein Retentat (15) getrennt wird. Dabei wird der Druck des zu trennenden Mediums (11) vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung (12) beispielsweise mittels einer Einrichtung (16) zur Durchführung des Trennvorganges erhöht. Nachfolgend wird das Druckinventar des in die Membrantrenneinrichtung (12) verlassenden Retentats (15) zur Erzeugung des für die Durchführung des Trennprozesses notwendigen permeatseitigen Unterdrucks herangezogen, wobei dafür ein druckniedrigendes Mittel (17) vorgesehen ist, das vom Druckinventar des die Membrantrenneinrichtung (12) verlassenden Retentats (15) angetrieben wird.



DE 100 02 692 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung von gas- und/oder dampfförmigen Medien mittels einer wenigstens eine Membran enthaltenden, nach dem Prinzip der Dämpfepermeation betriebenen Membrantrenneinrichtung, in der das Medium in ein Permeat und in ein Retentat getrennt wird, sowie eine Vorrichtung, mit der ein derartiges Verfahren ausgeführt werden kann.

Die mittels des erfundungsgemäßen Verfahrens und/oder gemäß der erfundungsgemäßen Vorrichtung zu trennenden Medien sollen dampf- und/oder gasförmige Stoffgemische sein oder Dampf-/Flüssigkeitsgemische, die allgemein mit Aerosolen und/oder Dampf-/Flüssigkeits-/Gasgemischen bezeichnet werden. Als Gase werden hier definitionsgemäß alle Dämpfe bezeichnet, die bei Raumtemperatur unter atmosphärischem Druck noch nicht kondensierbar sind.

Medien bzw. Mediengemische im vorbezeichneten Sinne werden gattungsgemäß auf eine wenigstens eine Membran enthaltende Membrantrenneinrichtung gegeben, mittels der definitionsgemäß ein Permeat und ein Retentat erzeugt wird. Diese Trennmechanismen mittels Membranen bzw. Membrantrenneinrichtungen sind der Fachwelt allgemein bekannt, so daß auf den eigentlichen Wirkmechanismus eines derartigen Verfahrens bzw. einer derartigen Vorrichtung hier nicht weiter eingegangen werden muß. Bekannt ist auch, daß die dabei verwendeten Membranen Eigenschaften haben, die für bestimmte Medienbestandteile gut permeabel sind und für andere eher schlecht oder überhaupt nicht. Die Triebkraft für den Trennvorgang, d. h. die Permeation bestimmter Medienbestandteile durch die Membran hindurch, ist die sogenannte Partialdruckdifferenz der permeierenden Bestandteile des Mediums von der Anströmseite, vielfach auch Feedseite genannt, zur Rückseite der Membran, auch Permeatseite genannt.

Aus der US-PS 5 843 209 ist ein Verfahren bekannt, bei dem die Partialdruckdifferenz durch Druckabsenkung an der Permeatseite der Membran durch einen Spülprozeß bewirkt wird. Ein Spülgas wird dabei durch den Permeattraum der Membrantrenneinrichtung geleitet, das die Konzentration des Permeats auf der Rückseite der Membran kleinhält und damit auch dessen Partialdruck.

Aus der EP-B-0 535 073 ist ein Verfahren bzw. eine Vorrichtung bekannt, bei der eine Vakuumpumpe verwendet wird, die das dampfförmige Permeat absaugt und kondensiert, wobei die Vakuumpumpe durch Fremdenergie betrieben wird.

Die voraufgeführten bekannten Verfahren bzw. Vorrichtungen sind zur Gewinnung der Permeate völlig unabhängig von der Gewinnung bzw. Ableitung des Retentats ausgestattet. Beide Produktströme, nämlich der Strom des Permeats und der des Retentats, werden von der Membrantrenneinrichtung in völlig getrennten Systemen erzeugt. Das hat zur Folge, daß bisher sehr viel Fremdenergie aufgewendet werden mußte, beispielsweise elektrische Energie, um die erforderlichen Druckverhältnisse für eine gattungsgemäße Membrantrennung auf der Zufuhrseite des Mediums bzw. des Mediumgemisches, das auf die Membrantrenneinrichtung gegeben wird, und des die Membrantrenneinrichtung verlassenden Permeats einzustellen.

Allgemein gilt, daß der Energieinhalt des die Membrantrenneinrichtung verlassenden Retentatstroms und die aufzubringende Energie zur Erzeugung des permeatseitigen Unterdrucks zum Betrieb des Verfahrens bzw. der Vorrichtung sehr hoch sind. Während das Retentat regelmäßig ein hohes Temperatur- und Druckinventar aufweist, das mehr oder weniger nachträglich genutzt wird, wenn überhaupt, muß, wie schon erwähnt, permeatseitig zusätzliche Energie

zur Erzeugung eines Vakuums aufgebracht werden, die bisher als verloren zu betrachten war und die Gesamtbilanz des Energieverbrauchs des bekannten Verfahrens bzw. der bekannten Vorrichtung belastet.

5 Hinzukommt, daß regelmäßig das Permeat mehr oder minder mit solchen Stoffen verunreinigt ist, die eigentlich im Retentat verbleiben sollten. Das liegt im allgemeinen daran, daß auch sehr selektive Membranen nicht absolut trennen können und ein gewisser unerwünschter Transport 10 der an sich zurückzuhaltenden Stoffe durch die Membran hindurch nicht ganz vermeidbar ist. Wenn das Permeat ein Abprodukt ist und das Retentat die gewünschten Wertstoffe darstellt, wie dieses beispielsweise bei entwässernder Dämpfepermeation der Regelfall ist, wird ein um so höherer Wertstoffverlust einsetzen, je weniger selektiv die Membrantrennung arbeitet. Es ist bekannt, daß besonders schnell transportierende Membranen regelmäßig weniger selektiv sind. Diese einsetzen zu können, wäre aber von Vorteil, da bei höherer spezifischer Durchflußleistung für eine Trenn 15 aufgabe eine geringere Membranfläche erforderlich wäre, als bei den höher selektiven, aber meist langsam transportierenden Membranen. Die Kosten einer nach dem Prinzip der Dämpfepermeation arbeitenden Vorrichtung sind maßgeblich von der Größe der zu installierenden Membranfläche 20 geprägt.

Es ist also ein grundsätzliches Bestreben auf diesem Gebiet, auch Membranen einsetzen zu können, die eine geringere Selektivität aufweisen. Bei den bekannten Verfahren bzw. den bekannten Vorrichtungen, die nach dem Prinzip 25 der Dämpfepermeation arbeiten, wäre dazu, wie oben schon angedeutet, ein weiterer, nachfolgender, energieträchtiger Arbeitsschritt nötig.

Es ist somit Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art zu 30 schaffen, bei denen schnell transportierende Membranen Verwendung finden können, um so die Größe der vorzusehenden Membranfläche und damit die Kosten einer derartigen Vorrichtung zusätzlich so gering wie möglich zu halten, andererseits aber die zur Durchführung des Verfahrens und 35 zum Betrieb der Vorrichtung nötige Energie so gering wie möglich zu halten, wobei das Verfahren einfach durchführbar sein soll und die Vorrichtung mit verhältnismäßig wenigen Vorrichtungskomponenten ihre volle Trennleistung im vorangehend aufgeführten Sinne entfalten können soll.

40 Gelöst wird die Aufgabe gemäß dem erfundungsgemäßen Verfahren dadurch, daß der Druck des zu trennenden Mediums vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung zur Durchführung des Trennprozesses erhöht wird, 45 wobei nachfolgend das Druckinventar des zu trennenden Mediums und/oder des die Membrantrenneinrichtung verlassenden Retentats zur Erzeugung des für die Durchführung des Trennprozesses notwendigen permeatseitigen Unterdrucks herangezogen wird.

50 Der Vorteil des erfundungsgemäßen Verfahrens besteht im wesentlichen darin, daß die Retentatableitung und die Permeatableitung bzw. -gewinnung synergetisch gekoppelt sind. Es wird das im Retentat vorhandene Energieinventar vollständig genutzt, wodurch der Fremdenergiebedarf des 55 Verfahrensprozesses erheblich vermindert werden kann. Darüber hinaus weist das erfundungsgemäße Verfahren einen weiteren großen Vorteil auf, denn es ergibt sich daraus der trenntechnisch bedeutsame Effekt, daß, wie angestrebt, weniger selektive Membrantypen genutzt werden können, 60 ohne daß eine Verschlechterung des letztlich abgeschiedenen Permeats hingenommen werden muß. Dieses wird durch einen integrierten, steuerbaren Rücktransport von Permeatkomponenten in das Retentat erreicht.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung, mit der das voraufgeführte Verfahren ausgeführt werden kann, ist dadurch gekennzeichnet, daß eine Einrichtung zur Erhöhung des Drucks des Mediums vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung vorgesehen ist und permeatseitig wenigstens ein druckerniedrigendes Mittel vorgesehen ist, das vom Druckinventar des die Membrantrenneinrichtung verlassenden Retentats antreibbar ist.

Die Bereitstellung eines Drucks auf der Anströmseite der Membrantrenneinrichtung geschieht, da es sich um Gase oder Dämpfe handelt, durch mechanische Verdichter oder überwiegend durch die Höhe respektive Anhebung des Temperaturniveaus (Dampfdruck ist in der Höhe eine Funktion der applizierten Temperatur). Bei Dämpfen an Kolonnen oder Chemiereaktoren, die mittels Membrantrenneinrichtungen aufgearbeitet werden sollen, muß die abgegebene Dampfmenge durch Nachschub von Rohstoffen in die Kolonne oder den Reaktor nachgeführt werden, damit ein kontinuierlicher Prozeß betrieben werden kann. Diese Stoffnachfuhr geschieht auch häufig durch das Einbringen von flüssigen Stoffen mittels einer Druckpumpe, die in der Lage ist, den Förderstrom in die unter Druck und erhöhte Temperatur stehenden Kolonnen- oder Reaktorräume einzuspritzen. In Kolonnen- oder Reaktorräumen erfolgt dann bei den dort herrschenden Bedingungen die Dampfbildung von Rohstoffen und/oder Reaktionsprodukten.

Die Vorrichtung hat den Vorteil, daß das druckerniedrigende Mittel ohne von außen zugeführter Energie, beispielsweise zum Betrieb einer elektrisch betreibbaren Vakuumpumpe zur Erzeugung eines permeatseitigen Unterdrucks zur Einstellung der Druckdifferenz zwischen zugeführtem zu trennendem Medium und dem Permeat bzw. Permeatstrom, auskommt. Grundsätzlich ist deshalb nur die erfindungsgemäß vorgeschlagene Einrichtung zur Erhöhung des Drucks des Mediums, bevor es in die Membrantrenneinrichtung eintritt, vorzusehen. Die Druckdifferenz bzw. das Druckverhältnis zwischen zuzuführendem zu trennendem Medium und dem Permeat bzw. Permeatstrom wird vom Druckinventar des Zustroms respektive Retentats gebildet, das das druckerniedrigende Mittel zur Erzeugung eines permeatseitigen Unterdrucks einstellt.

Gemäß einer vorteilhaften Ausgestaltung der Vorrichtung wird das druckerniedrigende Mittel von einer einen Turboexpander/Vakuumpumpe umfassenden Einheit gebildet. Die mit dem Turboexpander antriebsmäßig gekoppelte Vakuumpumpe erzeugt permeatseitig den nötigen Unterdruck, um den Trennprozeß vorstatten gehen zu lassen. Der Turboexpander ist in den Retentatstrom geschaltet, wobei das Druckinventar des Retentatstroms den Turboexpander antreibt, dessen Drehwelle beispielsweise, aber nicht zwingend, mit der Drehwelle der Vakuumpumpe gekoppelt ist. Einheiten aus Turboexpander/Vakuumpumpen sind standardmäßig im Handel erhältlich, so daß deren Vorsehen bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung zu einer sehr kostengünstigen und auch sehr betriebssicheren Lösung führt.

Bei einer anderen vorteilhaften Ausgestaltung der Vorrichtung wird das druckerniedrigende Mittel von einer Dampfstrahl-Jet-Pumpe gebildet, die im allgemeinen auch kurz Ejektor genannt wird. Regelmäßig ist in den Permeatstrom eine Kondensationseinrichtung nachgeschaltet. Enthält das Permeat Fraktionen, die an dieser Kondensationseinrichtung nicht kondensiert wurden, können diese bei Verwendung einer Dampfstrahl-Jet-Pumpe verlustfrei bei laufendem Verfahren und kontinuierlich aus dem Permeatstrom (Vakuumbereich) in den Normal- oder Überdruckbereich des Retentats zurückgeführt werden.

Gemäß einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Vorrichtung wird wenigstens ein weiteres eingangsseitig

zum ersten Mittel seriellgeschaltetes druckerniedrigendes Mittel vorgesehen, wobei der druckerniedrigende Eingang des weiteren Mittels mit dem Ausgang des ersten Mittels über eine Kondensationseinrichtung verbunden ist. Mittels

5 dieser Ausgestaltung der Vorrichtung ist es beispielsweise möglich, Drücke < 20 mbar im Permeatraum der Membrantrenneinrichtung zu erzeugen. Nach diesem Prinzip können auch noch weitere druckerniedrigende Mittel seriellgeschaltet werden, um im Bedarfsfall den Druck im Permeatraum

10 noch weiter abzusenken.

Bei einer noch anderen vorteilhaften Ausgestaltung der Vorrichtung ist wenigstens ein weiteres eingangsseitig zum ersten Mittel parallelgeschaltetes druckerniedrigendes Mittel vorgesehen, wobei der druckerniedrigende Eingang des 15 weiteren Mittels mit dem Ausgang des ersten Mittels verbunden ist. Bei dieser Ausgestaltung der Vorrichtungen werden die druckerniedrigenden Mittel funktionsmäßig seriell zusammengeschaltet. Diese Ausgestaltung der Vorrichtung kann beispielsweise ein Vakuum im Permeatraum der Membrantrenneinrichtung von ca. 100 mbar erzeugen. Sie bietet den Vorteil, daß bei zeitweilig erhöhtem Permeatanfall ein größeres Saugvolumen gefördert werden kann. Bei reduziertem Permeatanfall können dann einzelne der parallelen, druckerniedrigenden Mittel zeitweilig abgeschaltet werden. 20 Weiterhin kann durch die Kombination seriell- und parallelgeschalteter Anordnungen der druckerniedrigenden Mittel auf variierenden Dampfanfall gezielt reagiert werden sowie auf Schwankungen der Dampfzusammensetzung der anfallenden Dampfmenge und auf durch den Prozeßverlauf bedingte erforderliche Änderungen der Höhe des Vakuums.

25 Vorteilhafterweise ist wenigstens am ersten druckerniedrigenden Mittel ausgangsseitig nachfolgend eine Kondensationseinrichtung angeordnet, die für die Kühlung oder auch die Kondensierung des Retentats, je nach Art der gewünschten weiteren Ver- bzw. Bearbeitung des Retentats sorgt. Das Retentat kann aber auch unbehandelt als Dampf aus der Vorrichtung herausgeführt werden.

30 In den Fällen, in denen die kondensierbare Permeatfraktion im Verhältnis zur von der Vorrichtung erzeugten Menge 40 des Retentats nicht groß genug ist, wird vorzugsweise vor dem permeatseitigen Eingang des druckerniedrigenden Mittels eine Pumpeneinrichtung angeordnet, mittels der eine Vorkompression und Volumenminderung des Restbrüdens des Permeats um ca. 7 : 1 erreicht und das Vakuum des 45 druckerniedrigenden Mittels verstärkt wird.

35 Vorzugsweise ist die Pumpeneinrichtung in Form einer Wälzkolbenpumpe ausgebildet. Es ist aber auch möglich, andere geeignete Pumpeneinrichtungen vorzusehen.

40 Schließlich ist es vorteilhaft, die erfindungsgemäßen Anordnungen mit Chemiereaktoren zu koppeln. Zwischen einer Einrichtung zum Erhöhen des Drucks und dem Eingang der Membrantrenneinrichtung wird eine Reaktoreinrichtung vorgesehen. Eine derartige Ausgestaltung der Vorrichtung kann beispielsweise im Zusammenhang mit Veresterungs-, 45 Veretherungs- und Acetalisierungsreaktionen sinnvoll sein oder auch im Zusammenhang mit anderen Reaktionen, deren Gemeinsamkeit darin besteht, daß ein oder mehrere verdampfbare Rohstoffe mit verdampfbaren oder unverdampfbaren anderen Rohstoffen zur Reaktion gebracht werden, 50 wobei verdampfbare Reaktionsprodukte entstehen und weiterhin ein gewünschtes Zielprodukt.

55 Die Erfindung wird nun unter Bezugnahme auf die nachfolgenden schematischen Zeichnungen anhand mehrerer Ausführungsbeispiele eingehend beschrieben. Darin zeigen:

60 Fig. 1 den Grundaufbau der Vorrichtung, mit der auch das hier beschriebene Verfahren ausgeführt werden kann.

Fig. 2 eine Ausgestaltung der Vorrichtung wie gemäß Fig. 1, bei der jedoch der Abdampf des Retentats seinen Rest-

wärmeinhalt mittels eines Wärmetauschers auf das nachfolgende Mediengemisch überträgt,

Fig. 3 einen Grundaufbau der Vorrichtung wie gemäß **Fig. 2**, jedoch im Zusammenwirken mit einer Reaktionseinrichtung,

Fig. 4 eine Modifikation der Vorrichtung gemäß **Fig. 1** mit mehreren seriellgeschalteten druckerniedrigenden Mitteln mit zwischengeschalteten Kondensationseinrichtungen,

Fig. 5 eine Modifikation der Vorrichtung gemäß **Fig. 1** mit zwei funktionsmäßig in Reihe geschalteten druckerniedrigenden Mitteln ohne Zwischenkondensator,

Fig. 6 eine Modifikation der Vorrichtung gemäß **Fig. 2**, bei der vor dem permeatseitigen Eingang des druckerniedrigenden Mittels eine Pumpeneinrichtung angeordnet ist,

Fig. 7 eine Modifikation der Vorrichtung, bei der das druckerniedrigende Mittel zulaufseitig vor der Membrantrenneinrichtung installiert wird, und

Fig. 8 schematisch im Schnitt ein druckerniedrigendes Mittel in Form einer Dampfstrahl-Jet-Pumpe (Ejektor).

Die Vorrichtung **10** wird in bezug auf ihren prinzipiellen Aufbau zunächst anhand der **Fig. 1** beschrieben. Die nachfolgender **Fig. 2** bis **6** zeigen Modifikationen des Grundaufbaus der Vorrichtung **10** gemäß **Fig. 1**. Die Vorrichtung **10** umfasst eine Membrantrenneinrichtung **12**, in der auf an sich bekannte Weise eine Membran bzw. eine Mehrzahl von Membranen **13** angeordnet sind. Von einem Zulaufbehälter **25** oder einer beliebigen anderen geeigneten Quelle wird das zu trennende Medium **11** einer Pumpeneinrichtung **16** zugeführt und wird dort auf den für den Membrantrennprozeß geeigneten Druck gebracht. Gegebenenfalls kann das Medium **11** vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung **12** über einen Erhitzer **26** geleitet werden, um das Medium **11** geeignet zu temperieren. Gegebenenfalls kann der Erhitzer **26** auch die Funktion eines Verdampfers haben. Ein der Pumpeneinrichtung **16** in Förderrichtung unmittelbar nachgeschaltetes Rückschlagventil **27** verhindert ein Rückstromen des Mediums **11** aus dem Druckraum der Membrantrenneinrichtung **12**. Das Medium **11** verläßt den Erhitzer **26** unter erhöhter Temperatur und Druck als Dampf und strömt in die Membrantrenneinrichtung **12**. Die permeable Komponente des Mediums **11** durchdringt die Membran **13**, gegebenenfalls begleitet von einer sehr geringen Menge einer weiteren Komponente, die an sich im Permeat **14** unerwünscht ist, die jedoch aufgrund der Transportmechanismen durch die Membran **13** nicht völlig ausgeschlossen werden können. Der Wirkmechanismus der Trennung des Mediums **11** durch die Membran **13** wird durch ein transmembranes Druckgefälle verursacht, das durch ein im Permeatraum der Membrantrenneinrichtung **12** herrschendes, definiertes Vakuum mitbestimmt wird. Der überwiegende Anteil der im Permeat **14** nicht gewünschten Komponente des Mediums **11** wird von der Membran **13** nicht hindurchgelassen. Dieser Anteil bildet das Retentat **15**, das als Druckdampf auf das druckerniedrigende Mittel **17**, hier in Form einer Dampfstrahl-Jet-Pumpe, im folgenden kurz Ejektor **17** genannt, geleitet und durch den Ejektor **17** entspannt wird und abströmt. Zwischen dem retentatseitigen Ausgang der Membrantrenneinrichtung **12** und dem Eingang des Ejektors **17** kann ein Druckhalteventil **28** vorgesehen sein.

Der Retentatstrom **15** erzeugt im Diffusor des Ejektors **17**, vergleiche auch **Fig. 7**, einen Sog, der zur Evakuierung des Permeatraumes der Membrantrenneinrichtung **12** führt, wobei der Permeatraum der Membrantrenneinrichtung **12** über eine Kondensationseinrichtung **20** mit dem Saugeingang **18** des Ejektors **17** verbunden ist. Das durch den Sog infolge des Durchströmens des Retentats **15** durch den Ejektor **17** aus der Membrantrenneinrichtung **12** herausgeförderte dampfförmige Permeat bzw. Permeatgemisch **14** ge-

langt zunächst auf die Kondensationseinrichtung **21**. Die Kondensationseinrichtung **21** wird beispielsweise mit einer Kühlsole derart betrieben, daß die beim vorherrschenden Vakuum im Permeat **14** überwiegend befindlichen gewünschten Komponenten nahezu vollständig kondensiert. Die unerwünschte Permeatkomponente gelangt – außer einer gegebenenfalls vernachlässigbaren Verlustmenge, die mitkondensiert wird – dampfförmig infolge des Sogs des Ejektors **17** in den Diffusorbereich des Ejektors **17** und vereinigt sich dort mit dem Retentat **15**. Ein in die Saugleitung zwischen Kondensationseinrichtung **21** und dem Ejektor **17** geschaltetes Regelventil **29** und ein Rückschlagventil **30** sorgen dafür, daß ein konstantes Vakuum vorherrscht und die Retentatanteile nicht in den Permeatbereich eindringen können. Das Permeat **14** wird in einem Behälter **31** gesammelt und einer anderweitigen Verwendung zugeführt.

Die Vorrichtung gemäß **Fig. 2** unterscheidet sich von der gemäß **Fig. 1** dadurch, daß das den Ejektor **17** verlassende Retentat **15** über einen Wärmetauscher **32** geleitet wird, so daß die im Retentat **15** enthaltene Restwärme auf das der Membrantrenneinrichtung **12** zuzuführende zu trennende Medium **11** übertragen werden kann. Dadurch verringert sich der Energieverbrauch der Vorrichtung **10**.

Die Vorrichtung gemäß **Fig. 3** entspricht im wesentlichen der Vorrichtung gemäß **Fig. 2**. Zwischen der Pumpeneinrichtung **16** und dem Eingang **23** der Membrantrenneinrichtung **12** ist jedoch eine Reaktoreinrichtung **24** vorgesehen. Eine derartige Ausgestaltung ist beispielsweise bei Veresterrungs-, Veretherungs- und Acetalisierungsreaktionen oder anderen Anordnungen sinnvoll, denen gemeinsam ist, daß ein oder mehrere verdampfbare Rohstoffe mit verdampfbaren oder unverdampfbaren anderen Rohstoffen zur Reaktion gebracht werden können, wobei verdampfbare Reaktionsbenprodukte entstehen und weiterhin ein gewünschtes Zielprodukt. Dabei werden Rohstoffe in der Reaktoreinrichtung **24** auf hohe Reaktionstemperatur gebracht. Aus dem Zulaufbehälter **25** wird ständig ein Reaktionsprodukt über die Pumpeneinrichtung **16** in den Druckbereich zugeführt und über den Wärmetauscher **32** und den Erhitzer **26** auf Reaktionstemperatur gebracht. Dabei reagieren die Stoffe unter Bildung von Produkten. In diesem Beispiel entweichen die reagierenden Stoffe aus dem Hochtemperatur-Druckreaktionsraum der Reaktoreinrichtung **24** als Druckdampf. Eine dieser Komponenten soll zur weiteren Umsetzung wieder in den Prozeß zurückgeleitet werden, nachdem die andere Komponente zuvor kontinuierlich abgetrennt und ausgeschleust wurde. Die Trennung geschieht in der Membrantrenneinrichtung **12**. Von den Reaktionsprodukten bildet das eine das Permeat **15**, in das eine geringere Menge des anderen Reaktionsproduktes übertritt. Die Hauptmenge des anderen Reaktionsproduktes bildet den Retentatdampf **15**, der wieder auf vorbeschriebene Weise druckentspannt abströmt. Der Ejektor **17** senkt den Druck im Permeatanteil **14** ab. Das Permeat **14** gelangt auf die Kondensationseinrichtung **20**, deren Oberflächentemperatur gemäß Flashberechnung so eingestellt ist, daß die gewünschte Permeatkomponente flüssig abgeschieden wird. Die in der Dampfphase verbleibende Permeatbeimengung ist unter den angegebenen Bedingungen nur zu einem geringen Anteil kondensierbar. Sie wird über den Sog des Ejektors **17** in dessen Diffusor mit dem Reaktionsstoff des Retentatstroms vereint und zur Wiederverwendung ausgetragen. In diesem Beispiel gibt der Abdampf aus dem Ejektor **17** seinen Wärmeinhalt über den Wärmetauscher **32** an den Zulauf zur Reaktoreinrichtung **24** ab und wird flüssig in den Zulaufbehälter **25** geleitet.

Der Aufbau gemäß **Fig. 4** entspricht dem in **Fig. 1** dargestellten Grundaufbau der Vorrichtung **10**. Bei der Vorrichtung gemäß **Fig. 4** sind jedoch drei vakuumsseitig seriellge-

schaltete Ejektoren **17**, **17₁** und **17₂** zur Erzeugung von Drücken < 20 mbar im Permeattraum der Membrantrenneinrichtung **12** vorgesehen. Den jeweiligen Ejektoren **17**, **17₁** und **17₂** sind jeweils Kondensationseinrichtungen **20**, **20₁** und **20₂** nachgeschaltet.

In **Fig. 5** ist eine Variante der Vorrichtung gemäß **Fig. 1** dargestellt, bei der zwei Ejektoren **17** funktionsmäßig ohne Zwischenkondensatoren in Reihe geschaltet sind. Mit dieser Ausgestaltung der Vorrichtung **10** können im Permeattraum der Membrantrenneinrichtung **12** beispielsweise Arbeitsdrücke von ca. 100 mbar erzeugt werden.

Fig. 6 zeigt eine Vorrichtung **10**, die eine Modifikation der Vorrichtung **10** gemäß **Fig. 2** darstellt. Hier ist eine Pumpeneinrichtung **22** vorgesehen, die zwischen der Kondensationseinrichtung **21** und dem Eingang **18** des Ejektors **17** geschaltet ist. Diese Pumpeneinrichtung **22** kann beispielsweise in Form einer Wälzkolbenpumpe ausgebildet sein. Diese Ausgestaltung der Vorrichtung **10** wird dann gewählt, wenn die nicht kondensierbare Permeatfraktion im Verhältnis zur Retentatmenge groß ist. Die Pumpeneinrichtung **22** bewirkt eine Vorkompression und Volumenminderung des Permeatrestbrüdens um ca. 7 : 1 und verstärkt das Ejektorvakuum entsprechend. Diese Ausgestaltung der Vorrichtung gestattet es, einen Zwischenkondensator (nicht dargestellt) zwischen dem Regelventil **29** und der Pumpeneinrichtung **22** vorzusehen, der bei höherem Druckniveau als an der Kondensationseinrichtung **21** eine weitere Permeatkondensation abzuscheiden und in eine eigene Vorlage abzuleiten imstande ist.

Fig. 7 zeigt eine Vorrichtung **10**, bei der ein hochgespannter Dampfstrom einer externen Quelle über einen Ejektor **17** via Regelventil **27** in die Membrantrenneinrichtung eingesblasen wird und dabei teilentspannt wird. Das Ejektorvakuum sorgt für den nötigen Unterdruck im Permeattraum **14**, **21**. Diese Ausgestaltung der Vorrichtung wird sinnvoll, wenn der angelieferte Dampf vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung heruntergespannt werden muß und/oder der nicht im Permeatkondensator **21** kondensierbare Restanteil des Permeats **14** aufgrund seiner ungünstigen Menge oder Zusammensetzung nicht dem Retentat **15** beigemischt werden kann, ohne dessen Reinheitsanforderungen aus dem Sollbereich zu drängen.

Fig. 8 zeigt ein druckerniedrigendes Mittel **17** in Form eines Ejektors, wie es im Zusammenhang mit der vorangehend beschriebenen Vorrichtung **10** und zur Ausführung des Verfahrens gemäß der Erfindung herangezogen werden kann.

Eine Methanoltröcknung als Stufe einer Extraktionsanlage, für die nur Membranen **13** mit mäßiger Trennschärfe verfügbar sind, wird als Beispiel einer Anwendung gemäß der Ausgestaltung der Vorrichtung **10** gemäß **Fig. 4** nachfolgend beschrieben.

Eine weitere nachfolgend dargestellte Ausgestaltung der Vorrichtung **10** ist dann vorteilhaft, wenn die zu trennenden Stoffe A und B des Mediums **11** sehr ähnliche Kondensationseigenschaften aufweisen. Während Stoff B nahezu rein im Retentat **15** anfällt, besteht das Permeat **14** überwiegend aus Stoff A, allerdings gelangt auch unerwünscht in geringer Menge Stoff B ins Permeat **14**. Beide gelangen auf die Kondensationseinrichtung **21**.

In Fällen, bei denen B nur unerheblich schlechter als A kondensierbar ist, kann der nicht kondensierte Anteil des Permeatdampfs **14**, der vom druckabsenkenden Mittel (Ejektor) **17** ständig abgesogen wird, noch störende Mengen von A beinhalten. Würde der Ejektor **17** jetzt, wie in den vorbeschriebenen Varianten geschehen, diesen Restpermeatdampf direkt in das Retentat **15** überführen, kann es in Fällen der geschilderten Konstellation der Stoffeigenschaften

vorkommen, daß das aus B in hoher Reinheit bestehende Retentat **15** zu sehr mit A belastet würde und die geforderte Reinheitsspezifikation dadurch verfehlt wird. In diesen Fällen kann die Vorrichtung **10** derart abgewandelt werden, daß

5 das druckabsenkende Mittel **17** durch den Zulaufstrom gespeist und zu diesem Zweck vor dem Eingang **23** der Membrantrenneinrichtung **12** installiert wird. Der mit zu hohen Anteilen des Stoffs A befrachtete Abdampf der Kondensationseinrichtung **21** wird dadurch mit dem zu trennenden Medium **11** aus A und B zur Membrantrenneinrichtung **12** vermischt, die das von A freie Retentat **15** austrägt. Auch in diesen Fällen wird erfahrungsgemäß das im zu trennenden Medium **11** per se vorhandene Druckinventar zur Erzeugung des erforderlichen Permeationsvakuums genutzt und die 15 Rückführung unerwünscht ins Permeat **14** gelangter Stoffanteile der Komponente B bewirkt, so daß auch hier unter anderem Membranen **13** mit geringerer Trennleistung und hoher Durchgangsleistung zum Einsatz kommen können.

Diese Variante ist immer dann bedeutsam, wenn die Zusammensetzung des Restdampfs nach der Kondensationseinrichtung **21** eine direkte Zumischung ins Retentat **15** nicht erlaubt, oder aber auch dann, wenn das zu trennende Medium **11** aus einer externen Quelle einen viel höheren Druck aufweist, als dieses der Membrantrenneinrichtung **12** zuträglich wäre. In diesem Fällen muß eine erste Entspannung des Mediums **11** vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung **12** erfolgen. Das geschieht erfahrungsgemäß mit dem druckerniedrigenden Mittel **17**, beispielsweise in Form eines Ejektors und/oder einer Einrichtung aus Turboexpander und Vakuumpumpe, so daß das Energiepotential der Druckentspannung zur Vakuumerzeugung des Membranprozesses synergetisch genutzt wird.

Beispiel 1

Ein Dampf der Zusammensetzung 95% (w) Methanol und 5% (w) Wasser soll auf einen Methanolgehalt > 99,0% (w) getrocknet (entwässert) werden. 300 kg/h Dampf von 393 K werden mit 6,15 bar auf die Membrantrenneinrichtung geleitet (51,2 m³/h Anströmung).

Die Membranen sind ein vernetzter Polysaccharid-Composite Typ mit einem Trennfaktor für Wasser/Methanol von $\alpha = 30$. Nach Verlassen der Membrantrenneinrichtung strömen als Retentatdampf 264 kg/h mit einem Restdruck von 6,1 bar und 390 K ab. Das dampfförmige Permeat auf der Rückseite der Membranen fällt mit 36 kg/h an, es besteht aus 37,5% (w) Wasser und 62,5% (w) Methanol bei einem Druck (Vakuum) von 40 mbar. Am Permeatkondensator, der mit Kühlsole bei +10°C betrieben wird, bildet sich ein flüssiges Kondensat mit einem Wassergehalt von etwa 50% (w) in einer Menge von 24,5 kg/h, das aus dem Prozeß ausgeschleust wird. Die im Permeatkondensator nicht kondensierte Fraktion hat einen Methanolgehalt von 89,13 %. Dieser Restpermeatdampf, der mit 11,5 kg/h anfällt, wird durch den Retentatejektor in den Retentathauptstrom abgezogen.

Der vereinigte Gesamtabstrom aus Retentat und Permeatrestdampffraktion hat 99,07% (w) Methanolgehalt und fällt mit 275,5 kg/h an. Die Anordnung der Retentatableitung erfolgt über zwei serielle Ejektoren, deren Zusammenschaltung dem Prinzip gemäß **Fig. 4** entspricht. Der Abdampf des Permeatkondensators (40 mbar) wird durch den ersten Retentatejektor auf nahe 300 mbar komprimiert und teilkondensiert. Die nachfolgende Ejektorstufe verdichtet auf atmosphärischen Druck.

Beispiel 2

70%iges Propanol-2 wird in der Dampfphase durch

Dampfpermeation per Membran auf eine Konzentration von 99,9% gebracht. Der Zustrom, 500 kg/h, wird mit 3 bar und 388 K bereitgestellt. Zur Erreichung der hohen Endkonzentration wird mit einem Vakuum auf der Permeatseite von 12 mbar gearbeitet. 157,95 kg/h Permeatdampf entstehen und werden auf einen Kondensator geleitet, dessen Oberflächentemperatur unter 280,5 K gehalten wird. Das fast vollständig kondensierende Gemisch besteht aus 5,26% Propanol-2 und 94,74% Wasser. Etwa 2 kg/h Restpermeatgas, das insbesondere aus wasserdampfgesättigter Leckageluft der evakuierten Anlage besteht, fallen ständig an und müssen über die Ejektoranordnung abgepumpt werden.

Die Ejektoranordnung nutzt Retentatdampf als Treibmittel, der mit 342,05 kg/h anfällt und aus 99,9%igem Propanol-2 besteht. Ein kleiner Ejektor, betrieben mit einem Retentatteilstrom von 10 kg/h, liefert ein Vakuum von 300 mbar, das als Vorschaltstufe den Sog für eine installierte 2-stufige Roots pumpe liefert, die ihrerseits mit einem Saugvermögen von 250 m³/h bei 12 mbar ausgestattet ist. Der Ejektor übernimmt das Permeatabgas und fördert es hinaus. Die Anlage arbeitet vom Prinzip her gemäß dem Schema der Fig. 6.

	Bezugszeichenliste	25
10 Vorrichtung		
11 Medium (zu trennendes)		
12 Membrantrenneinrichtung		
13 Membran		
14 Permeat		30
15 Retentat		
16 Pumpeneinrichtung		
17 druckniedrigendes Mittel (Ejektor, Turboexpander/Vakuumpumpe)		
18 Eingang (druckniedrigendes Mittel)		35
19 Ausgang (druckniedrigendes Mittel)		
20 Kondensationseinrichtung		
21 Kondensationseinrichtung		
22 Pumpeneinrichtung		
23 Eingang (Membrantrenneinrichtung)		40
24 Reaktoreinrichtung		
25 Zulaufbehälter		
26 Erhitzer		
27 Rückschlagventil		
28 Druckhaltemittel		
29 Regelventil		
30 Rückschlagventil		45
31 Behälter		
32 Wärmetauscher		
33 Retentatsammelbehälter		50

Patentansprüche

1. Verfahren zur Trennung von gas- und/oder dampfförmigen Medien mittels einer wenigstens eine Membran enthaltenden, nach dem Prinzip der Dampfpermeation betriebenen Membrantrenneinrichtung, in der das Medium in ein Permeat und in ein Retentat getrennt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Druck des zu trennenden Mediums vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung zur Durchführung des Trennprozesses erhöht wird und das Druckinventar des zu trennenden Mediums und/oder des die Membrantrenneinrichtung verlassenden Retentats zur Erzeugung des für die Durchführung des Trennprozesses notwendigen permeatseitigen Unterdrucks herangezogen wird.
2. Vorrichtung zur Trennung von gas- und/oder

dampfförmigen Medien mittels einer wenigstens eine Membran enthaltenden, nach dem Prinzip der Dampfpermeation betriebenen Membrantrenneinrichtung, in der das Medium in ein Permeat und ein Retentat getrennt wird, dadurch gekennzeichnet, daß eine Einrichtung (16) zur Erhöhung des Drucks des Mediums (11) vor Eintritt in die Membrantrenneinrichtung (12) vorgesehen ist und permeatseitig (14) wenigstens ein druckniedrigendes Mittel (17) vorgesehen ist, das vom Druckinventar des die Membrantrenneinrichtung (12) verlassenden Retentats (15) antreibbar ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das druckniedrigende Mittel (17) von einer einen Turboexpander/Vakuumpumpe umfassenden Einheit gebildet wird.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das druckniedrigende Mittel (17) von einer Dampfstrahl-Jet-Pumpe (Ejektor) gebildet wird.
5. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens ein weiteres eingangsseitig (18) zum ersten Mittel (17) parallelgeschaltetes druckniedrigendes Mittel (17₁) vorgesehen ist, wobei der druckniedrigende Eingang (18₁) des zweiten Mittels (17₁) mit dem Ausgang (19) des ersten Mittels (17) über eine Kondensationseinrichtung (20) verbunden ist.
6. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens ein weiteres eingangsseitig (18) zum ersten Mittel (17) parallelgeschaltetes druckniedrigendes Mittel (17₁) vorgesehen ist, wobei der druckniedrigende Eingang (18₁) des zweiten Mittels (17₁) mit dem Ausgang (19) des ersten Mittels (17) verbunden ist.
7. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens dem ersten druckniedrigenden Mittel (17) ausgangsseitig (19) nachfolgend eine Kondensationseinrichtung (20) angeordnet ist.
8. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem permeatseitigen Eingang (18) des druckniedrigenden Mittels (17) eine Pumpeneinrichtung (22) angeordnet ist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Pumpeneinrichtung (22) eine Wälz-Kolbenpumpe ist.
10. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 2 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Pumpeneinrichtung (16) und dem Eingang (23) der Membrantrenneinrichtung (12) eine Reaktoreinrichtung (24) angeordnet ist.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

Fig. 1

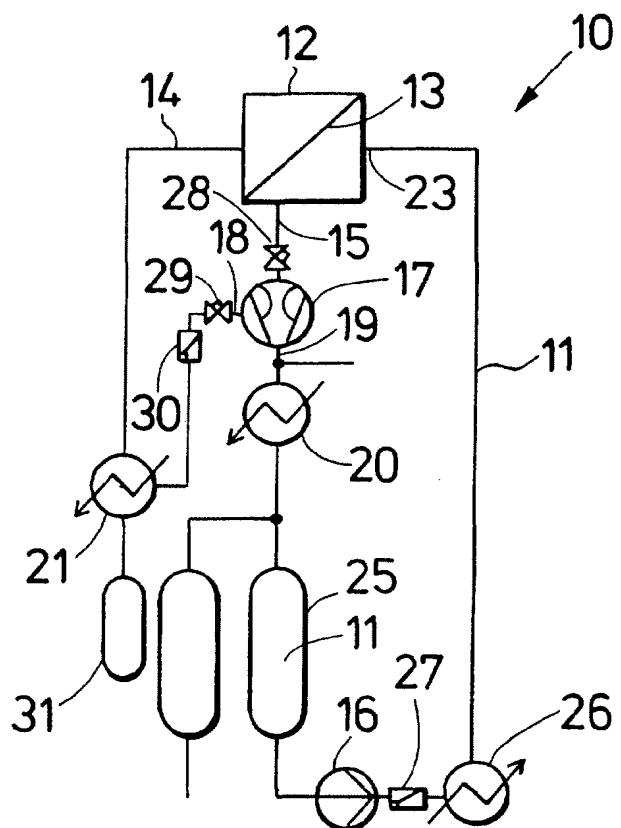


Fig. 2

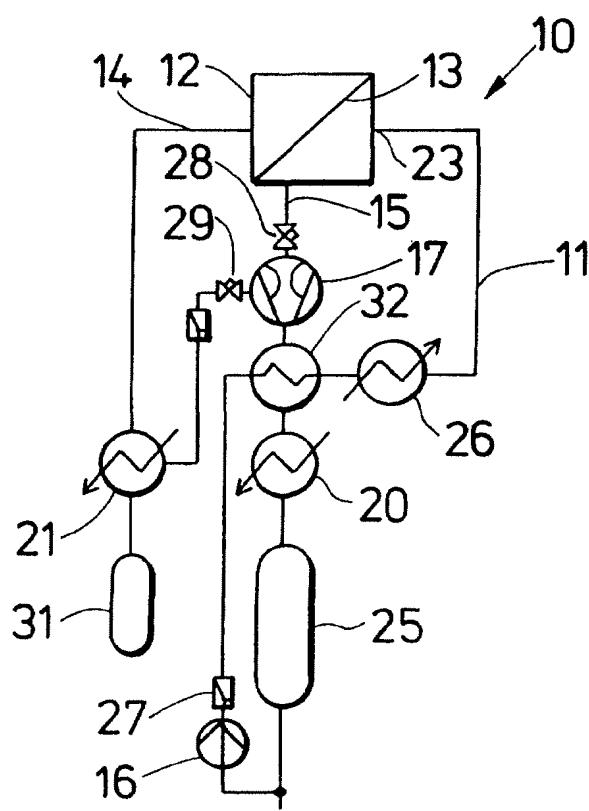


Fig. 3

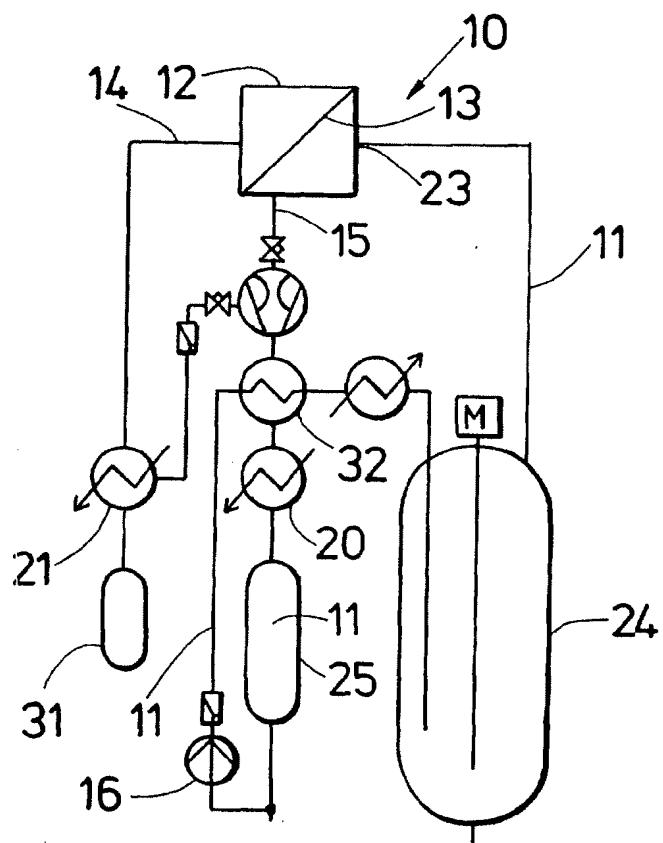


Fig. 4

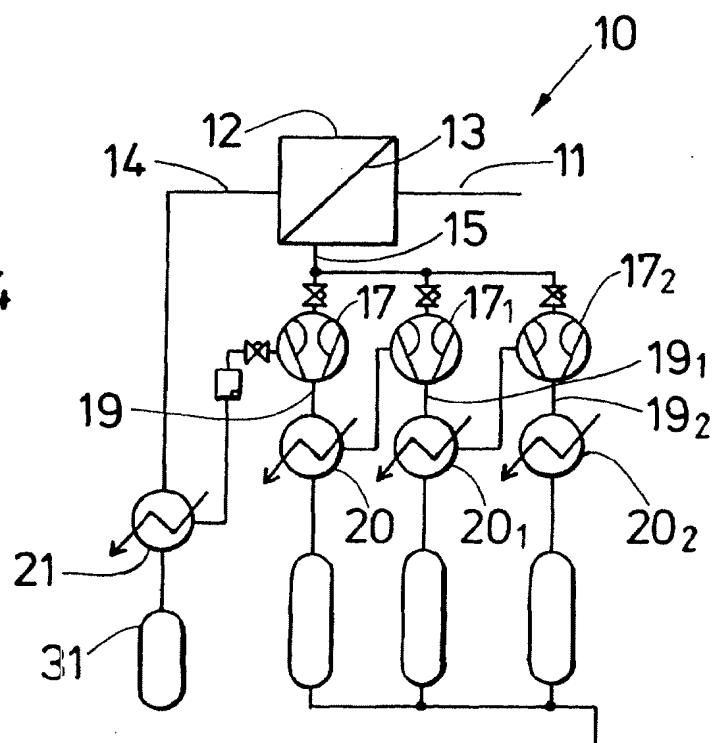


Fig. 5

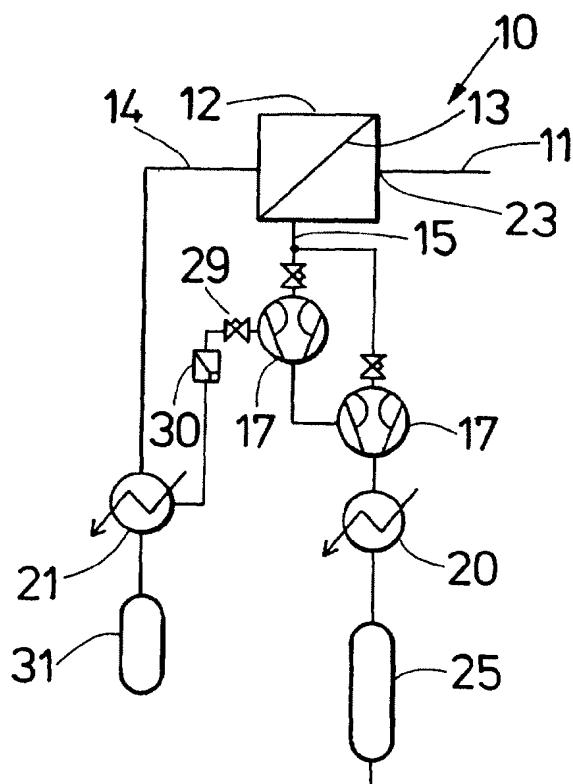


Fig. 6

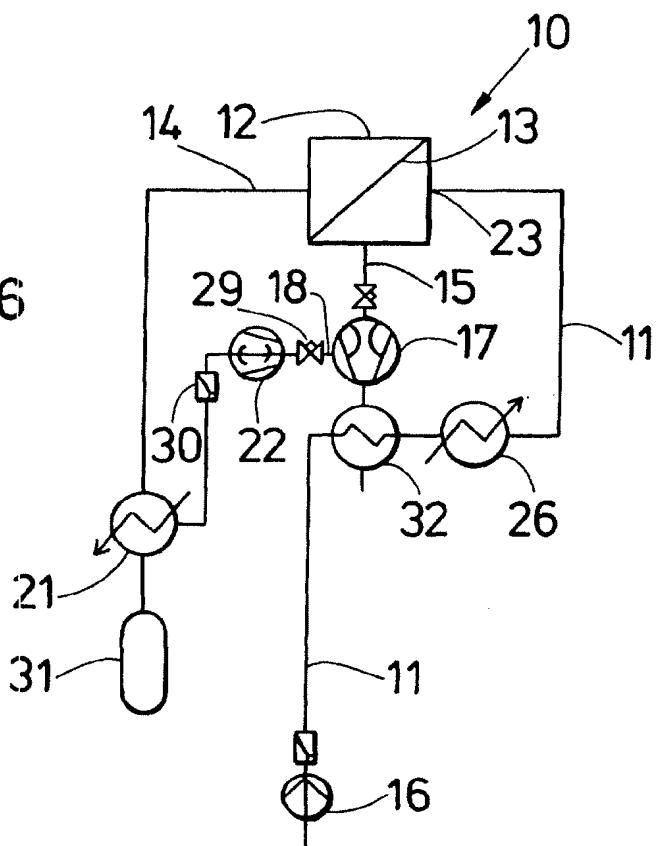


Fig. 7

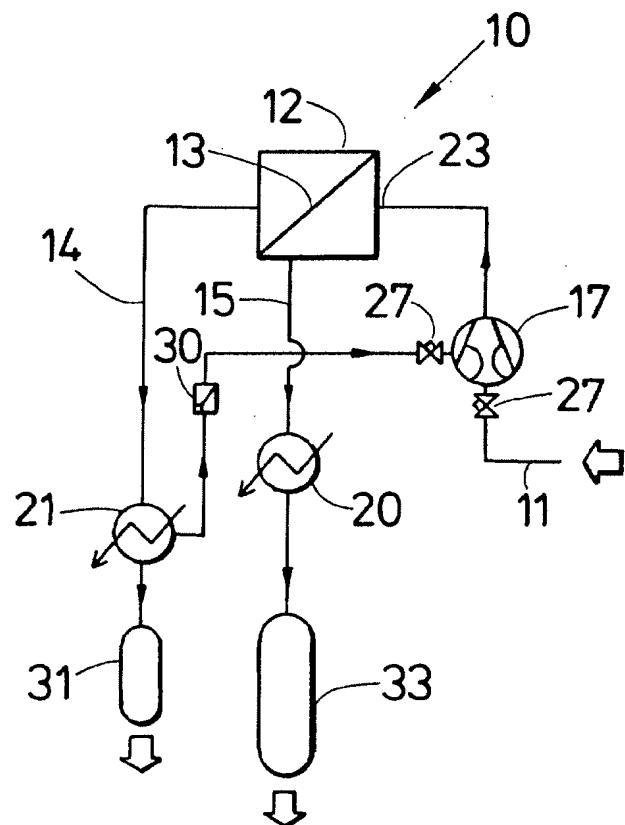


Fig. 8

